

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-100145

(43)Date of publication of application : 21.04.1998

(51)Int.Cl.

B29B 13/06

C08L 21/00

(21)Application number : 08-277570

(71)Applicant : NIPPON ZEON CO LTD

(22)Date of filing : 27.09.1996

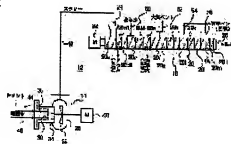
(72)Inventor : OGUCHI TERUO

## (54) PRODUCTION OF RUBBERY POLYMER AND APPARATUS THEREFOR

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide method and apparatus of rubbery polymer which can enhance operability (simplifying operation and reducing the loss of a product even when the kind of a rubbery polymer to be produced is changed over and shortening a changeover time), reduce a process and machinery and achieve the reduction of equipment cost and production cost in the production of a rubbery polymer.

**SOLUTION:** A coagulation soln. is added to a cementitious rubber soln. after polymerization to precipitate a rubbery polymer component which is, in turn, dried to obtain a rubbery polymer in a dry state. In this method, the cementitious rubber soln. and the coagulation soln. are respectively separately supplied to the area immediately before the inlet of a rotary blade 36 of a pump 14 equipped with grinding function and brought to a contact state to immediately sent to a dryer 16 by the pump 14.



特開平10-100145

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月21日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B 2 9 B 13/06

B 2 9 B 13/06

C 0 8 L 21/00

C 0 8 L 21/00

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平8-277570

(22) 出願日 平成8年(1996) 9月27日

(71) 出願人 000229117

日本ゼオン株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(72) 発明者 小口 照男

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目2番1号

日本ゼオン株式会社総合開発センター内

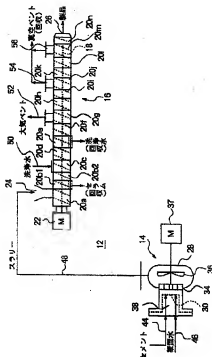
(74) 代理人 弁理士 前田 均 (外1名)

## (54) 【発明の名称】 ゴム状重合体の製造方法及び製造装置

## (57) 【要約】

【課題】 操作性が向上し（操作が単純になり、生産すべきゴム状重合体の種類の切り替え時などでも製品のロスが下がり、かつ切り替え時間の短縮を図り）、しかもプロセスおよび機器の削減を可能とし、設備費の低減および製造コストの低減を図ることができるゴム状重合体の製造方法及び製造装置を提供すること。

【解決手段】 重合後のセメント状のゴム溶液に凝固液を加え、ゴム状重合体成分を析出させ、析出されたゴム状重合体成分を乾燥させることにより乾燥状態のゴム状重合体を得るゴム状重合体の製造方法であって、セメント状のゴム溶液と凝固液とを、それぞれ別々に、破砕機能付きポンプ14の回転翼36の入口直前に供給し、このゴム溶液と凝固液とを接触させて直ちに前記ポンプ14で乾燥装置16へ送る。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 セメント状のゴム溶液に凝固液を加え、ゴム状重合体成分を析出させ、析出されたゴム状重合体成分を乾燥させることにより乾燥状態のゴム状重合体を得るゴム状重合体の製造方法であって、セメント状のゴム溶液と凝固液とを、それぞれ別々に、破砕機能付きポンプの回転翼の入口直前に供給し、このゴム溶液と凝固液とを接触させて直ちに前記ポンプで乾燥手段へ送ることを特徴とするゴム状重合体の製造方法。

【請求項2】 セメント状のゴム溶液を送るセメント送り手段と、ゴム溶液中のゴム状重合体成分を析出させるための凝固液を送る凝固液送り手段と、前記セメント送り手段および凝固液送り手段によりそれぞれ送られたゴム溶液と凝固液とが、回転翼の入口直前で接触するように吸い込み口が構成された破砕機能付きポンプと、前記破砕機能付きポンプにより破砕されて送られるクラム状のゴム状重合体を含むスラリーを乾燥させて乾燥状態のゴム状重合体を得る乾燥手段とを有するゴム状重合体の製造装置。

【請求項3】 前記乾燥手段には、洗浄水が供給されて、ゴム状重合体が乾燥の前に洗浄される請求項1に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ゴム状重合体の製造方法と製造装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 合成ゴムの製造工程においては、たとえば図6に示すように、重合タンク2で重合反応を行い、セメント状のゴム溶液を得た後、大型の凝固タンク（たとえば、タンク4、6、8）で構成される凝固装置9により、ゴム状重合体成分を析出させると共に洗浄し、クラム状のゴム状重合体を得る。その後、このクラム状のゴム状重合体を含む液体を、ポンプ10などで乾燥手段へと搬送し、乾燥状態のゴム状重合体を得る。

【0003】 凝固装置9を経て脱水乾燥前の重合体はクラム状をなしていて、内部に多量の水分を含有している。このような含水量の多いゴム状重合体の脱水には、遠心脱水機では殆んど脱水することができず、そのため熱源を用いた熱風乾燥によって水分を蒸発させ、乾燥状態としてから成形機へ供給するようになされている。

【0004】 しかしながら、この加熱乾燥手段によると、膨大なエネルギーを必要とするばかりでなく、長時間高温下にてさらされるので、ゴム状重合体自体が劣化する。しかも、これら加熱乾燥手段を成形機への供給系とは別に設けることにならるため、設備費の増加を招くうえ、設置スペースの増大につながるという種々の問題が

あった。

【0005】 そこで、成形機の成形部へ原料を供給する段階で脱水を行うようにし、上述の問題点の解決を図った2軸押出機（特開昭59-214631号公報）が提案されている。このものは、異方向に回転駆動される2本のスクリュに軸方向に所定の間隔において跨り部を形成し、この跨り部によって含水原料を圧密させて水分を搾り出し、パレルに設けられたベント口から排水させるようになされたものである。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来のゴム状重合体の製造方法と製造装置では、図6に示すように、凝固工程において、大型の凝固装置9を必要としていたため、操作が煩雑であり、操作性が悪く、しかも多大な設置スペースを必要とし、設備コストおよび製造コストを増大させていた。

【0007】 さらに、従来の方法および装置では、粘性の高いゴム状重合体や低ムニー粘度のゴム状重合体の生産が著しく困難であった。

【0008】 本発明は、このような実状に鑑みてなされ、操作性が向上し（操作が単純になり、生産すべきゴム状重合体の種類の切り替え時などでも製品のロスが下がり、かつ切り替え時間の短縮を図り）、しかもプロセスおよび機器の削減を可能とし、設備費の低減および製造コストの低減を図ることができるとする。また、本発明の目的は、粘性の高いゴム状重合体や低ムニー粘度のゴム状重合体でも容易に生産することができるとする。【0009】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するために、本発明に係るゴム状重合体の製造方法は、セメント状のゴム溶液に凝固液を加え、ゴム状重合体成分を析出させ、析出されたゴム状重合体成分を乾燥させることにより乾燥状態のゴム状重合体を得るゴム状重合体の製造方法であって、セメント状のゴム溶液と凝固液とを、それぞれ別々に、破砕機能付きポンプの回転翼の入口直前に供給し、このゴム溶液と凝固液とを接触させて直ちに前記ポンプで乾燥手段へ送ることを特徴とする。

【0010】 本発明に係るゴム状重合体の製造装置は、セメント状のゴム溶液を送るセメント送り手段と、ゴム溶液中のゴム状重合体成分を析出させるための凝固液を送る凝固液送り手段と、前記セメント送り手段および凝固液送り手段によりそれぞれ送られたゴム溶液と凝固液とが、回転翼の入口直前で接触するように吸い込み口が構成された破砕機能付きポンプと、前記破砕機能付きポンプにより破砕されて送られるクラム状のゴム状重合体を含むスラリーを乾燥させて乾燥状態のゴム状重合体を得る乾燥手段とを有する。

【0011】破砕機能付きポンプの吸い込み口には、回転翼の手前に回転刃が装着してある刃付きポンプ又はホモジナイザー、ハイシエアミキサー等の刃無し型ポンプのいずれも使用できるが、生産性の観点から刃付きポンプであることが好ましい。破砕機能付きポンプとしては、特に限定されないが、いわゆるクラッシングポンプと称されるものが好ましい。ポンプにおける流体の流れは、遠心方向の流れでも軸方向の流れでも良い。ポンプの吐出ラインは、1m/秒以上の流速を持たせることが好ましい。また、乾燥手段までの吐出ラインの距離も短い方が好ましい。

【0012】乾燥手段は、洗浄手段を有することが好ましい。洗浄手段では、洗浄水が供給される。洗浄水に供する水の量は、ゴム状重合体成分に対して、重量比で1:1~1:30程度であることが好ましい。この洗浄水があまり多すぎても洗浄水が有効に利用されず、洗浄水の回収が不十分となり、ゴム状重合体の未乾燥の原因となるおそれがある。また、洗浄水に供する水の温度は、40℃以上の温水が好ましい。洗浄効果が向上するからである。

【0013】乾燥手段としては、特公平6-9825号公报に示すように、バレル内に温度制御した2本のスクリュを平行に設け、これらスクリュを同方向に回転駆動すると共に、スクリュの山部と谷部とを可及的に密接するように噛み合い状態とした同方向回転噛合型2軸押出機を用い、前記バレルが、フィード側から先端へ向かってゴム状重合体を含むスラリーを受け入れるフィードバレルと、ゴム状重合体を含むスラリーから脱水された液体を排出するスリットなどの排出口を有する少なくとも一つの脱水バレルとを有する乾燥装置であることが好ましい。

【0014】脱水バレルは、乾燥装置の前段と後段とに少なくとも二つ装着することが好ましく、前段の脱水バレルのスリット隙間は、後段のものよりも大きいことが好ましく、0.1~0.2mm程度のウェッジ型のスクリーンを選択することが好ましい。また、後段の脱水バレルのスリットの隙間は、0.05~0.1mm程度が好ましい。前段の脱水バレルは、フィードバレルを兼ねることが好ましく、速やかに、クラム状のゴム状重合体を含むスラリーを絞り込んで、溶媒を含むセラムを排出させることが好ましい。セラムそのものは、2軸押出機のスクリューで後段へ送り込むことが困難であり、いわゆるシャブツキの原因になる。なお、シャブツキとは、2軸押出機に押込んだセラムが充分排出されずに入口側に戻り、クラムのくい込みが悪くなることである。

【0015】乾燥装置は、前記フィードバレル（スリット付きが好ましい）と、前記脱水バレルの他に、大気バントや真空バントが装着されたバントバレルと、洗浄水が供給される洗浄水供給バレルと、単なる通常バレルとをさらに有することが好ましい。洗浄水供給バレルに装

着される洗浄水供給口は、チャッキ弁付きの市販のもので良いが、スクリュのフライトとのクリアランスを最小にすることが、供給口を閉塞させない有力な手段となる。また、バントバレルでは、ガスを抜く際に、内部のゴム状重合体成分がバントアップしたり、フレークアップしたりして、ガスの抜け道を閉塞させるおそれがある。このような点を防止するために、バントバレル中のバントブロックの内面に、模状の切込みを入れてゴム状重合体成分をバレル内に食い込ませることが好ましい。バントアップやフレークアップがさらに激しい場合には、バントバレルをスリット付きのバレルとすることが好ましい。

【0016】本発明において、乾燥手段として、上記2軸押出機型の乾燥装置を用いる場合には、クラム状のゴム状重合体供給される供給部直下のスクリュは、谷部を深くし且つピッチを大きくして、含水率の高い、嵩の大きいクラムを速やかに後工程へ送り込むように構成することが好ましい。なぜなら、この部分は、閉鎖系であるが、破砕機能付きポンプの吐出圧で押し込むものではなく、常圧系でスクリュの回転により押し込むものであるためである。スクリュによる送り不足は、供給部での詰まりを生じさせ、供給ストップに陥るおそれがあり好ましくない。また、スクリュの谷部を深くし且つピッチを大きくすることにより、スクリュの回転数を下げることができ、また、ダイの温度を下げることも可能になる。

【0017】また、セラムを排出した後の通常バレル内でのスクリュには、順ニードリングディスク1枚と逆ニードリングディスク1枚とを直列に装着することが好ましい。その後、洗浄水供給バレル内でのスクリュには、順ニードリングディスクを2枚装着し、それに続く通常バレル内のスクリュには、逆ニードリングディスク1枚を装着し、洗浄水とクラムとの混合を良くし、石粉分の抽出を行うことが好ましい。また、この通常バレルの後段には脱水バレルと通常バレルとが続いて接続され、この通常バレル内には、順ニードリングディスク1枚と逆ニードリングディスク1枚とを直列に装着することが好ましい。この洗浄水供給バレルの後の脱水バレルは、クラム中の洗浄水を絞り出すためのものである。

【0018】洗浄水を絞り出すためのバレルの後に接続されるバレルは、脱溶媒工程、すなわち乾燥工程のためのバレルとなる。乾燥の程度により、接続されるバレルの数は異なるが、最低2個のバントバレルと、その間に接続される通常バレルとを有する。バントバレルのうちの少なくとも一つは、常圧系につながる大気バントバレルであることが好ましく、他の少なくとも一つは、減圧系につながる真空バントバレルであることが好ましい。これらバントバレルの間の通常バレルに位置するスクリュは、クラムの表面更新を促進し、脱気を行うために、順ニードリングディスク1枚と、ニュートラルディスク

1枚と、逆ニーディングディスク1枚とを組として装着することが好ましい。なお、水洗浄が不足する場合には、接続すべき洗浄水供給バルブを増やし、それに伴う排水バルブを装着すると共に、また、それらに対応するスクリュの構成とする。

【0019】バルブの温度は、特に限定されないが、洗浄水を排出させるバルブまでの前段のバルブは、40〜70℃が好ましく、それ以降の後段のバルブは、150〜170℃に保つことが好ましい。前段でのバルブの温度が低い場合には、洗浄効果が下がり、また高すぎると、セラムおよび洗浄水がガス化し、息継ぎを起こし、2軸機の中のスムーズな流れを阻害する。また、後段のバルブの温度が高すぎると、製品の劣化を引き起こす。逆に低すぎると、脱気が不十分となる。

【0020】乾燥手段において、クラム状のゴム状重合体を含むスラリーを絞り込んで排出された溶媒を含むセラム水は、すべて回収し、溶剤精製工程に送ることが好ましく、次に示すようにして循環させることが好ましい。まず、フレッシュなプロセス水は、セラムを回収した後のバルブ位置で、2軸押出機型乾燥装置の洗浄水として供給し、後段の排水バルブのウェッジスクリーンなどで回収されるが、この回収水は、凝固液として、破砕機能付きポンプの吸い込み口に供給することが好ましい。回収水は、洗浄された溶媒が数パーセント（たとえば3%）含まれ、且つ、ウェッジスクリーンで漏れ出た微細クラムが含まれるが、このような循環させることで、これらはすべて回収されることがになる。併せて、プロセス水の消費の削減につながる。

【0021】凝固液としては、たとえば水が用いられる。凝固液の供給量は、特に限定されないが、ゴム溶液の溶媒（たとえばアセトン）に対して、容積比で1:0.05〜1:3程度が好ましい。凝固液の供給量が少なすぎると、ポンプ内でゴム状重合体成分を析出させるまでに至らず、且つ乾燥手段で、クラムと液体との分離が良好に行われず、クラムの損失が生じたり、以後の洗浄の効果が悪影響を及ぼすおそれがある。また、凝固液の供給量が多すぎる場合には、洗浄の効果には好影響を及ぼすものの、乾燥手段において、クラムからの液体の分離不足が生じると共に、分離された液体（溶媒+凝固液）から、溶媒を回収して再利用する作業が困難になる。

【0022】凝固液送り手段で供給される凝固液の温度は、ゴム溶液中のアセトンなどの溶媒の種類によっても変化するが、常温よりも高く、且つ溶媒の沸点よりも低いことが好ましく、たとえば30〜60℃程度が好ましい。凝固液の温度をこのような範囲に設定することで、クラムが柔らかくなり、2軸押出機としての2軸押出機でのクラムの食い込みがスムーズに行われると共に、ゴム溶液中の石鹸分が事前に抽出され洗浄効果が発揮されるからである。このような観点から、セメント送り手

段で供給されるゴム溶液の温度は、凝固液の温度と同程度であることが好ましい。

【0023】本発明に係るゴム状重合体の製造方法および製造装置において、セメント状のゴム溶液としては、特に限定されないが、たとえばアセトンを溶媒とするアクリロニトリル-ブタジエン共重合ゴム（NBR）溶液、マレイン化NBR溶液、水素化NBR溶液、マレイン化水素化NBR溶液等を例示することができ、その場合の凝固液としては、水が用いられる。また、本発明では、溶媒重合系において、第3溶媒（抽剤）を凝固液として破砕機能付きポンプに送り込み、ゴム溶液を貧溶媒化し、ゴム状重合体の析出を行い、前記の手法にて洗浄乾燥を行うこともできる。たとえば、ベンゼン中で重合したクロールヒドリンゴム溶液を、シクロヘキサンまたはメタノールなどの溶媒からなる凝固液と共に、破砕機能付きポンプの吸い込み口に別々に送り込み、乾燥手段での乾燥工程を得ることにより、乾燥状態のクロールヒドリンゴムを得ることもできる。

【0024】

【作用】本発明に係るゴム状重合体の製造装置を用いた製造方法では、セメント状のゴム溶液と凝固液とを、それぞれ別々に、破砕機能付きポンプの回転翼の入口直前に供給し、このゴム溶液と凝固液とを接触させて直ちに前記ポンプで乾燥手段へ送る。このため、ポンプの回転翼の手前で、ゴム状重合体の析出が生じ、析出されたゴム状重合体は、破砕機能付きポンプにより破砕され、輸送されるのに適当な大きさのゴム状重合体クラムを含むスラリーとなって乾燥手段へと送られる。乾燥手段では、ゴム状重合体を含むスラリーからセラムを回収し、その後、ゴム状重合体は、洗浄水で洗浄され、次に、脱気乾燥される。このようにして得られる乾燥状態のゴム状重合体は、従来の方法および装置により得られるゴム状重合体と同等以上の品質を有することが確認された。

【0025】したがって、本発明に係るゴム状重合体の製造装置を用いた製造方法では、従来用いていた大型のタンクから成る凝固装置を削減することができ、また、乾燥工程においては、スラリー貯槽タンク、スクリーン等の設備が不要となるため、プロセスおよび機器の削減を可能とし、設備費の低減および製造コストの低減を図ることができる。また、操作が単純になり、生産すべきゴム状重合体の種類の切り替え時などでも製品のロスが下がり、かつ切り替え時間の短縮を図ることができ、操業性が向上する。さらに本発明では、粘性の高いゴム状重合体や低ムニー粘度のゴム状重合体でも容易に生産することができる。

【0026】さらに、本発明では、原料あるいは製品の計量精度が著しく向上し、製造工程の自動化を容易にすることができる。すなわち、本発明では、破砕機能付きポンプへ送り込まれるセメント状のゴム溶液の流量を正確に測定することができ、その量がそのまま、乾燥手段

へと供給されるため、安定した運転が得られるばかりでなく、たとえば、他の成分をグラム量に比例して投入することも容易に行える。これに対して、従来の方法では、2軸あるいは1軸の押出乾燥機から成る乾燥手段に、グラム状のゴム状重合体を含むスラリーを定量的に供給することは、グラムが付着停滞し易いことから難しい。また、従来では、衝撃式のグラム流量計を設置することも考えられるが低精度である。

#### 【0027】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係るゴム状重合体の製造方法と製造装置を、図面に示す実施形態に基づき、詳細に説明する。

【0028】図1は本発明の一実施形態に係るゴム状重合体の製造装置の概略図、図2は破砕機能付きポンプの分解斜視図、図3は乾燥装置の横断面図、図4は2軸スクリュの概略図、図5はスクリュの概略断面図である。

【0029】図1に示すように、ゴム状重合体の製造装置12は、破砕機能付きポンプ14と、乾燥手段としての乾燥装置16とを有する。本実施形態に係る乾燥装置16は、いわゆる2軸押出機型の脱水乾燥装置であり、図4に示す2本のスクリュ18、18と、図1に示すように、このスクリュ18、18を囲む複数のバレル20a~20nとを有する。図4に示すスクリュ18、18は、それぞれ図1に示すモータ22により回転駆動される。スクリュ18、18は、図3、4に示すように、互いの山部18Aと谷部18Bとが可及的に密接するように噛合された噛合型で、スクリュ18、18の螺旋方向は左右で同一としてあり、そして同一方向に回転駆動されるようになっている。

【0030】図1に示すバレル20aは、フィードバレルであり、ポンプ14から送られてくるグラム状のゴム状重合体を含むスラリーを受けるフィード口24を有する。最終段のバレル20nは、吐出口26を有し、乾燥後の板状あるいは線状のゴム状重合体から成る製品を連続的に成形する。これらバレル20a~20nの詳細については後述する。

【0031】図1に示す破砕機能付きポンプ14は、いわゆるクラッシングポンプと称されるものであり、図1、2に示すように、吸い込み口30と吐出口32を有するポンプケーシング28内に、破砕用回転刃34と送液用の回転翼36とが回転自在に装着してある。回転刃34は、吸い込み口30から吸い込まれる流体に含まれるグラムを破砕するためのものであり、流体の吸い込みおよび吐出を行うための回転翼36と共に、モータ37により回転駆動される。

【0032】吸い込み口30には、アダプタ38が装着される。アダプタ38には、二つの流路40、42が別々に形成してあり、一方の流路40には、セメント状のゴム溶液が送り込まれるセメント送り手段としてのセメント輸送配管44が接続してあり、他方の流路42に

は、凝固液が送り込まれる凝固液送り手段としての凝固液輸送配管46が接続してある。

【0033】セメント輸送配管44は、たとえば図6に示す重タンク2で重合されたゴム状重合体を含むセメント状のゴム溶液を直接ポンプ14の吸い込み口30まで搬送する。配管44の途中には、輸送用ポンプが配置されている。配管44で輸送されるゴム溶液は、本実施形態では、NBRなどのゴムをアセトンなどの溶媒で溶解させたものであり、粘性な液体（セメント）であり、ゴム分を12~13重量%程度含んでいる。

【0034】凝固液輸送配管46により輸送される凝固液は、たとえば水であり、本実施形態では、水の消費を低減してグラムの無駄をなくするために、後述する図1に示す脱水バレル20eから回収した洗浄水を用いている。すなわち、多少のグラムを含む洗浄水を回収し、その洗浄水を貯留したタンクからポンプなどで輸送して、凝固水として、配管46からポンプ14の吸い込み口30へと供給している。配管46からの凝固水の供給量は、特に限定されないが、ゴム溶液の溶媒（たとえばアセトン）に対して、容積比で1:0.05~1:3程度が好ましい。凝固水の供給量が少なすぎると、ポンプ内でゴム状重合体成分を析出させるまでに至らず、且つ乾燥装置16で、グラムと液体との分離が良好に行われず、グラムの損失が生じたり、以後の洗浄工程の效果に悪影響を及ぼすおそれがある。また、凝固水の供給量が多すぎる場合には、洗浄の効果には好影響を及ぼすものの、乾燥装置16において、グラムからの液体の分離不足が生じると共に、分離された液体（溶媒+凝固液）から、溶媒を回収して再利用する作業が困難になる。

【0035】配管46を通して供給される凝固水の温度は、ゴム溶液中のアセトンなどの溶媒の種類によっても変化するが、常温よりも高く、且つ溶媒の沸点よりも低いことが好ましく、たとえば30~60℃程度が好ましい。凝固水の温度をこのような範囲に設定することで、グラムが柔らかくなり、乾燥装置16内の2軸スクリュ18に対するグラムの食い込みがスムーズに行われると共に、ゴム溶液中の石鹸分が事前に抽出され洗浄効果が発揮されるからである。このような観点から、セメント輸送配管44で供給されるゴム溶液の温度は、凝固水の温度と同程度であることが好ましい。

【0036】図1、2に示すアダプタ38は、セメント輸送配管44および凝固液輸送配管46によりそれぞれ送られたゴム溶液と凝固水とが、回転翼36および回転刃34の入口直前で接触するように、吸い込み口30内に挿入してある。回転刃36と回転翼36との間には、スリットが形成された格子などを装着しても良い。

【0037】ポンプ14の吐出口32は、図1に示すスラリー供給配管48を通して、乾燥装置16のフィード口24に接続してある。スラリー供給配管48における流体の速度は、1m/秒以上の流速を持たせることが好

ましい。また、この配管48の長さも短い方が好ましい。

【0038】フィード口24を持つフィードバルブ20aの後段側には、スリットなどが形成してある第1脱水バルブ20b1が接続してある。第1脱水バルブ20b1では、スクリュ18、18の回転によりスラリーから絞り出たセラム水をスリットにより排出する。スリットにより排出された溶媒を含むセラム水は、すべて回収し、溶剤精製工程に送ることが好ましい。この第1脱水バルブ20b1のスリットの間隔は、後述する第2脱水バルブ20eのスリットの間隔よりも大きいことが好ましく、0.1～0.2mm程度のウェッジ型のスクリーンを選択することが好ましい。

【0039】第1脱水バルブ20b1の後段側には、通常バルブ20b2を介して洗浄水供給バルブ20cが接続してある。このバルブ20cには、洗浄水供給口50が装着してあり、ここから洗浄水がバルブ20cの内部に供給される。この洗浄水供給口50は、チャッキ弁付きの市販のもので良いが、スクリュ18のフライトとのクリアランスを最小にすることが、供給口50を閉塞させない有効な手段となる。本実施形態において、洗浄水としては、フレッシュなプロセス水が用いられる。

【0040】洗浄水に供する水の量は、ゴム状重合体成分に対して、重量比で1:1～1:3程度であることが好ましい。この洗浄水があまり多すぎても洗浄水が有効に利用されず、洗浄水の回収が不十分となり、ゴム状重合体の未乾燥の原因となるおそれがある。また、洗浄水に供する水の温度は、40℃以上の温水が好ましい。洗浄効果が向上するからである。

【0041】洗浄水供給バルブ20cの後段には、通常バルブ20dが装着してある。通常バルブ20dは、バルブ内部を所定の温度に制御するための温度制御手段を有する。このバルブ20dの後段には、第2脱水バルブ20eが接続してある。第2脱水バルブ20eには、ウェッジスクリーン型のスリットなどが装着してあり、洗浄水供給バルブ20cで供給された洗浄水を排出して回収するようになっている。このバルブ20eのスリット間隔は、0.05～0.1mm程度が好ましい。ここで回収される洗浄水には、洗浄された溶媒（溶剤）が数パーセント（たとえば3%）含まれ、且つ、ウェッジスクリーンで漏れ出た微細クラムが含まれるが、この回収水を凝固水として用いて、ポンプの吸込み口30へ供給することで、溶剤および微細クラムは、すべて回収されることになる。併せて、プロセス水の消費の削減につながる。

【0042】第2脱水バルブ20eの後段側には、脱気乾燥工程となるバルブ20f～20nが接続してある。それより以前の前段のバルブ20a～20eでは、バルブの温度が40～70℃程度に設定されるが好ましく、それ以降の後段のバルブ20f～20nは、150

～170℃に保つことが好ましい。前段でのバルブの温度が低い場合には、洗浄効果が下がり、また高すぎると、セラムおよび洗浄水がガス化し、息凝りを起こし、2軸スクリュ18によるスムーズな流れを阻害する。また、後段のバルブの温度が高すぎると、製品の劣化を引き起こす。逆に低すぎると、脱気が不十分となる。

【0043】後段のバルブのうち、通常バルブ20fの後段側に接続される大気バントバルブ20gには、大気圧に連通して気化物を排出する大気バント52が装着してあり、洗浄した後のスラリーに含まれる溶剤および水を揮発させて除去する。この大気バントバルブ20gの後段には、通常バルブ20h、20i、真空バントバルブ20j、通常バルブ20k、20l、真空バントバルブ20m、ダイ装着バルブ20mとが、この順で装着してある。真空バントバルブ20j、20mには、バント54、56が装着してあり、これらバント54、56は、真空引き用ポンプまたは真空タンクに接続してあり、バルブ内のゴム状重合体に含まれる揮発成分を強制的に排気するようになっている。

【0044】これらバントバルブ20g、20j、20mでは、ガスを抜く際に、内部のゴム状重合体成分がバントアップしたり、フレックアップしたりして、ガスの抜け道を閉塞させるおそれがある。このような点を防止するために、バントバルブ20g、20j、20m中のバントブロックの内面に、楔状の切込みを入れてゴム状重合体成分をバルブ内に食い込ませることが好ましい。バントアップやフレックアップがさらに激しい場合には、バントバルブ20g、20j、20mをスリット付きのバルブとしても良い。

【0045】これら分割バルブに対するスクリュ18、18の構成を次に示す。図4に示すように、フィードバルブ20aおよび第1脱水バルブ20b1に対応する領域では正送りスクリュ60としてある。しかも、スクリュ18、18の谷部を深くし且つピッチを大きくして、含水率の高い、嵩の大きいクラムを速やかに後工程へ送り込むように構成してある。なぜなら、この部分は、閉鎖系ではなく、常圧系でスクリュの回転により押し込むものであるためである。

【0046】セラムを排出するバルブ20b1の後段側の通常バルブ20b2に位置するスクリュ18、18には、図4に示すように、1枚の順ニードリングディスク62と1枚の逆ニードリングディスク63とが直列に装着してある。その後に続く洗浄水供給バルブ20c内でのスクリュ18、18には、図示省略してある順ニードリングディスクを2枚装着し、それに続く通常バルブ20d内のスクリュ18、18には、図示省略してある逆ニードリングディスク1枚を装着し、洗浄水とクラムとの混合を良くし、石鹸分の抽出を行う。また、この通常バルブ20dの後段には脱水バルブ20eと通常バルブ

20 f とが続いて接続され、この通常バレル 20 f 内には、1枚の順ニードリングディスク 68 と 1枚の逆ニードリングディスク 69 とが直列に装着してある。

【0047】また、スクリュ 18、18には、図4に示すように、必要に応じて、逆送りスクリュ 64、70、74 と順送りスクリュ 66、72、76 とが交互に配置される。なお、前記スクリュ 18、18は、ゴム状重合体の移送時の摩擦熱等による加熱することを防ぐため、図5に示すように、スクリュ 18の軸方向内部を略全域にわたって中空とし、この中空部にパイプ材 78 が挿入してあり、このパイプ材 78 内に冷却水供給パイプ 80 が挿入してある。このパイプ 80 には、コントロールバルブ等を通じて予め温度制御された冷却媒体が供給され、このパイプから供給された冷却媒体は、パイプ材 78 の内部を軸方向に流通した後、パイプ材 78 の端部排出口から排出するようになっている。この結果、スクリュ 18 を内部から冷却するようになっている。

【0048】本実施形態に係る乾燥装置 16 では、フィード口 24 から供給された破砕クラムを含むスラリーは、左右のスクリュ 18、18 の同方向の回転で下流側へ送られて図4に示す順ニードリングディスク 62、逆ニードリングディスク 63 および逆送りスクリュ 64 の部分に至ると、スラリーが逆方向移送となって圧搾作用が起り、スラリーからセラム水が分離され、そのセラム水は、図1に示す第1脱水バレル 20 b 1 のスリットから外部に排出される。

【0049】その後、洗浄水供給バレル 20 c にて洗浄水が供給され、スラリーが洗浄され、その洗浄水は、脱水バレル 20 e にて回収される。このような洗浄により、スラリー中に含まれる溶媒の一部は、洗浄水により洗い流される。その後、図1に示すバレル 20 f ~ 20 n により、スラリーが乾燥および脱気され、最終的には、バレル 20 n に装着してあるダイスから乾燥状態のゴム状重合体から成るシート状または線状の成形体（製品）が得られる。

【0050】本実施形態に係るゴム状重合体の製造装置 12 を用いた製造方法では、セメント状のゴム溶液と凝固液とを、それぞれ別々に、破砕機能付きポンプ 14 の回転翼 36 および回転翼 34 の入口直前に供給し、このゴム溶液と凝固液とを接触させて直前に前記ポンプ 14 で乾燥装置 16 へ送る。このため、ポンプ 14 の回転翼 34 の手前で、ゴム状重合体の析出が生じ、析出されたゴム状重合体は、回転翼 34 により破砕され、輸送されるのに適当な大きさのゴム状重合体クラムを含むスラリーとなって乾燥装置 16 へと送られる。乾燥装置 16 では、ゴム状重合体を含むスラリーからセラムを回収し、その後、ゴム状重合体は、洗浄水で洗浄され、次に、脱気乾燥される。このようにして得られた乾燥状態のゴム状重合体は、従来する方法および装置により得られるゴム状重合体と同等以上の品質を有することが確認された。

【0051】したがって、本実施形態に係るゴム状重合体の製造装置 12 を用いた製造方法では、従来用いていた凝固タンクからなる凝固装置を削減することができ、プロセスおよび機器の削減を可能とし、設備費の低減および製造コストの低減を図ることができる。また、操作が単純になり、生産すべきゴム状重合体の種類の切り替え時などでも製品のロスが下がり、かつ切り替え時間の短縮を図ることができ、操業性が向上する。さらに本実施形態では、粘性の高いゴム状重合体や低ムニー粘度のゴム状重合体でも容易に生産することができる。

【0052】さらに、本実施形態では、原料あるいは製品の計量精度が著しく向上し、製造工程の自動化を容易にすることができる。すなわち、本実施形態では、破砕機能付きポンプ 14 へ送り込まれるセメント状のゴム溶液の流量を正確に測定することができ、その量がそのまま、乾燥装置 16 へと供給されるため、安定した運転が得られるばかりでなく、たとえば、他の成分をクラム量に比例して投入することも容易に行える。

【0053】なお、本発明は、上述した実施形態に限定されるものではなく、本発明の範囲内で種々に改変することができる。

【0054】たとえば、図1に示すバレル 20 a ~ 20 n の数は、特に限定されず、種々に改変することができる。また、スクリュ構成はバレルの構成を種々選択することにより改変することが可能である。

【0055】

【実施例】以下、本発明を、さらに具体的な実施例に基づき説明するが、本発明は、これら実施例に限定されない。

【0056】実施例 1

図1、2に示す破砕機能付きポンプ 14 と乾燥装置 16 とを有する製造装置 12 を準備した。ポンプ 14 としては、小松ゼノア（株）の型式 HD 4 MC s - S C を用い、その吸い込み口 30 の構造を、図1、2に示すようなアダプタ 38 を用いて改良した。ポンプの回転数は、1750 r p m であり、流量能力は  $10 \text{ m}^3 / \text{H}$  であり、揚程は 20 m であった。また、乾燥装置 16 としては、東芝（株）製の 2 軸押出乾燥機（TEM-50B-12/4V、L/D=4.1.5）を用い、洗浄工程が行えるように改良した。乾燥機の駆動モータの出力は、5.5 kW であり、最高回転数は 440 r p m であり、バレル数は 12 であった。スクリュの構成は、前記実施形態で述べたセラムの回収、ゴム状重合体の洗浄、および脱気乾燥が、それぞれのバレルにより都合良く行われるような構成とした。

【0057】図1に示すセメント輸送配管 44 から供給されるゴム溶液としては、NBR から成るゴム分がセメント溶媒で溶かされたものを用いた。ゴム分は、溶液全体に対して、12 ~ 13 重量%含まれていた。また、凝固水輸送配管 46 から供給される凝固水としては、乾燥



装置16の脱水バルブ20eで回収された水を用いた。ゴム溶液の供給流量は、7.5リットル/分であり、水の供給流量は、15リットル/分であった。

【0058】洗浄水供給バルブ20cには、毎分15リットルのフレッシュな水を供給した。真空ベント54、56には、20 Torrの真空度の減圧タンクを接続した。

【0059】乾燥装置の最終段のバルブ20nから得られたゴム製品の乾燥度を調べたところ、水分の含有率は、全体に対して0.24重量%であり、従来の方法で得られたゴム製品と同等な品質であることが確認された。また、このゴム製品の加硫曲線を調べたところ、従来の方法で得られたゴム製品と同等以上の品質であることが確認された。さらに、本実施例の方法で得られたゴム製品中の溶剤の残留率は、全体に対して0.03重量%であり、従来の方法で得られたゴム製品と同等以上の品質であることが確認された。

【0060】

【発明の効果】以上説明してきたように、本発明に係るゴム状重合体の製造装置を用いた製造方法によれば、従来の用いていた大型の凝固装置を削減することができ、プロセスおよび機器の削減を可能とし、設備費の低減および製造コストの低減を図ることができる。また、操作が単純になり、生産すべきゴム状重合体の種類の切り替え時などでも製品のロスが下がり、かつ切り替え時間の短縮を図ることができ、操作性が向上する。さらに本発明では、粘着性の高いゴム状重合体や低ムーニー粘度のゴム状重合体でも、ゴム状重合体が凝固タンク内に付着することなく、容易に生産することができる。

【0061】さらに、本発明では、原料あるいは製品の\*30

\*計量精度が著しく向上し、製造工程の自動化を容易にすることができる。すなわち、本発明では、破砕機能付きポンプへ送り込まれるセメント状のゴム溶液の流量を正確に測定することができ、その量がそのまま、乾燥手段へと供給されるため、安定した運転が得られるばかりでなく、たとえば、他の成分をグラム量に比例して投入することも容易に行える。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は本発明の一実施形態に係るゴム状重合体の製造装置の概略図である。

【図2】図2は破砕機能付きポンプの分解斜視図である。

【図3】図3は乾燥装置の横断面図である。

【図4】図4は2軸スクリュの概略図である。

【図5】図5はスクリュの概略断面図である。

【図6】従来例に係るゴム状重合体の製造装置の一部を示す概略図である。

【符号の説明】

12... ゴム状重合体の製造装置

14... 破砕機能付きポンプ

16... 乾燥装置

18... スクリュ

20a~20n... バルブ

24... フィード口

30... 吸い込み口

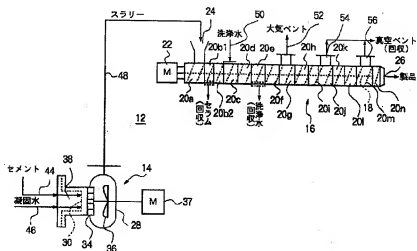
32... 吐出口

34... 回転刃

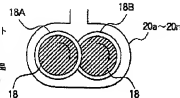
36... 回転翼

38... アダプタ

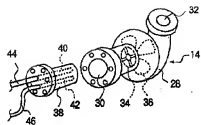
【図1】



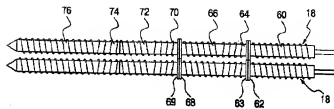
【図3】



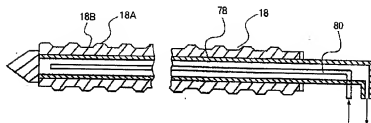
【図2】



【図4】



【図5】



【図6】

